PLANE MICROFACTORY

Patent number:

JP2003230829

2003-08-19

Publication date: Inventor:

SASAKI HIROSHI; YOSHIDA HIROSHI; KOMATSUZAKI

SHIGEKI

Applicant:

HITACHI LTD

Classification:

- international:

B01J19/00; B81B1/00; G01N37/00; C07B61/00;

B01J19/00; B81B1/00; G01N37/00; C07B61/00; (IPC1-7): G01N37/00; B01J19/00; B81B1/00; C07B61/00

- european:

Application number: JP20020030226 20020207

Priority number(s): JP20020030226 20020207; JP20010372124 20011206

Report a data error here

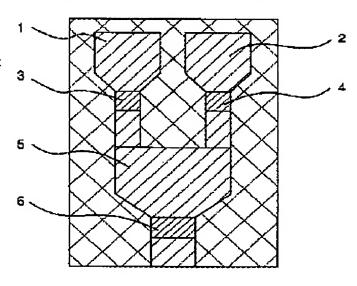
Abstract of JP2003230829

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a microfactory which can be prepared by hydrophobic and hydrophilic patterning of the surface of a substrate without a highly advanced working technique such as grooving of the substrate for the preparation of a flow passage or mounting of a small component as a bank on the substrate.

SOLUTION: This microfactory includes, on a plane, at least a plurality of reagent tanks, a reaction tank, a site for recovering an object, and a flow passage for connecting the reagent tank to the reaction tank or connecting the reaction tank to the site for recovering the object. The contact angle of a part where the reagent and a reactant are present, such as the reagent tank, the reaction tank, and the flow passage, with water is not more than 30 degrees, while the contact angle of the other part with water is not less than 80 degrees. COPYRIGHT: (C)2003,JPO

文 1

本発明のマイクロファクトリーの構成例



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2003-230829 (P2003-230829A)

(43)公開日 平成15年8月19日(2003.8.19)

(51) Int.CL'	識別記号	F I	テーマコート*(参考)
B01J 19/00	3 2 1	B01J 19/00	321 4G075
B81B 1/00		B 8 1 B 1/00	4H006
C07B 61/00		C 0 7 B 61/00	С
// G 0 1 N 37/00	101	G 0 1 N 37/00	101
		審査請求 未請求 請求	R項の数7 OL (全 13 頁)
(21)出願番号	特顧2002-30226(P2002-30226)	(71)出顧人 000005108	NA m
		株式会社日	日立製作所
(22)出願日	平成14年2月7日(2002.2.7)	東京都千台	代田区神田駿河台四丁目6番地
		(72)発明者 佐々木 洋	F
(31)優先権主張番号	特顧2001-372124(P2001-372124)	茨城県日3	2市大みか町七丁目1番1号 株
(32) 優先日	平成13年12月6日(2001.12.6)	式会社日2	2製作所日立研究所内
(33)優先権主張国	日本(JP)	(72) 発明者 吉田 博5	Ē
		茨城県日3	2市大みか町七丁目1番1号 株
		式会社日3	z製作所日立研究所内
		(74)代理人 100075096	
		弁理士 亻	ド田 康夫
•			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 平面マイクロファクトリー

(57)【要約】

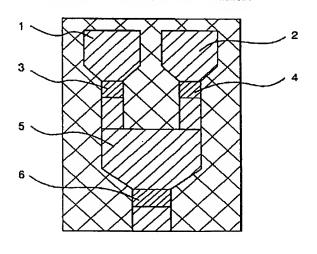
【課題】流路作製のため基板に溝を切ったり、あるいは 小さな土手となる部品を基板に取りつけるといった高度 な加工技術を要せず作製できるマイクロファクトリーを 提供すること。

【解決手段】平面上に少なくとも複数の試薬槽、反応槽、目的物を回収するための部位、及び該試薬槽と該反応槽、あるいは該反応槽と目的物を回収するための部位を結ぶ流路を有するマイクロファクトリーにおいて、該試薬槽、該反応槽、該流路等の試薬及び反応物の存在する部分の水との接触角が30°以下であり、且つそれ以外の部分の水との接触角が80°以上であるマイクロファクトリー。

【効果】流路作製のため基板に溝を切ったり、あるいは 小さな土手となる部品を基板に取りつけるといった高度 な加工技術を要しなくても基材表面の撥水性と親水性の パターンニングによって作製できるマイクロファクトリ ーを提供することが可能になった。

図 1

本発明のマイクロファクトリーの構成例



【特許請求の範囲】

(請求項1)基材に試薬槽,反応槽,流路が形成されたマイクロファクトリーであって、

前記基材の水との接触角は80°以上であり、

前記基材に形成される試薬槽,反応槽及び流路における水との接触角は30°以下であるマイクロファクトリ

【請求項2】実質平面上に少なくとも複数の試業槽,反応槽,目的物を回収するための部位、及び該試業槽と該反応槽、あるいは該反応槽と目的物を回収するための部 10位を結ぶ流路を有するマイクロファクトリーであって、該試業槽,該反応槽,該流路等の試業及び反応物の存在する部分に前記試薬及び前記反応物が付着し、それ以外の部分には前記試薬及び前記反応物が付着しないことを特徴とするマイクロファクトリー。

【請求項3】実質平面上に少なくとも複数の試薬槽、反応槽、目的物を回収するための部位、及び該試薬槽と該反応槽、あるいは該反応槽と目的物を回収するための部位を結ぶ流路を有するマイクロファクトリーにおいて、該試薬槽、該反応槽、該流路等の試薬及び反応物の存在 20 する部分の水との接触角が30°以下であり、且つそれ以外の部分の水との接触角が80°以上であることを特徴とするマイクロファクトリー。

【請求項4】請求項2、3において、水との接触角が8 0°以上の部分に以下の化合物が結合していることを特 徴とするマイクロファクトリー。

[(t1)

 $[F\{CF(CF_3)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)]-X-Si(OR)_3$

{F(CF2CF2CF2O)n}-X-Si(OR)3

{H(CF₂)_a}-Y-Si(OR)₃

{F(CF₂)_n}-Y-Si(OR)₃

Xはパーフルオロボリエーテル鎖とアルコキシシラン残基との結合部位、Yはパーフルオロアルキル鎖とアルコキシシラン残基との結合部位、Rはアルキル基

【請求項5】請求項2~4において、水との接触角が8 0°以上の部分に以下の化合物が結合していることを特 徴とするマイクロファクトリー。

[(£2)

反応槽と、

 $[F\{CF(CF_3)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)\}-X-Si(OR)_3$

{F(CF2CF2CF2O)n}-X-Si(OR)a

Xはパーフルオロポリエーテル鎖とアルコキシシラン残 基との結合部位、Rはアルキル基

【請求項6】請求項2.3において、バルブが前記試薬 及び前記反応物を弾く処理を施された常磁性体からなる ことを特徴とするマイクロファクトリー。

【請求項7】複数の試薬槽と、

2

前記試棄槽と前記反応槽とを結ぶ流路と、 前記流路に設けられる常磁性体のバルブと、を有し、 前記試薬槽,前記反応槽,前記流路には親水処理が施され、

前記常磁性体のバルブには有機或いは無機の薄膜が被覆 されていることを特徴とする平面マイクロファクトリ

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、小さなスケールで 有機合成を行うマイクロファクトリーに関する。

[0002]

【従来の技術】従来の有機合成はフラスコ等の容器に試薬、触媒、溶媒等を投入し、適切な温度に制御しながら合成反応を進行させる方法が一般的である。反応終了後、溶媒除去、液体クロマトグラフィーによる精製、再結晶、減圧蒸留等の後処理を経て目的物を得る。この場合、ハンドリングのしやすさを考慮すると試薬、触媒、溶媒等のトータルで少なくとも10cm²程度のスケールで行う必要がある。

【0003】しかし医薬品のドラッグデザインを決めるためには類似の試薬を用い、類似の合成方法により多くの化合物を合成する必要があるのでこの種の合成を行う場合、試薬,触媒、溶媒等をセットするだけで精製まで行う小さな合成システムであるマイクロファクトリーを用いることが検討されている。これは一つの装置系の中に試業槽、反応槽、試薬槽と反応槽を結ぶ流路がある。また必要に応じて精製のためのカラムも装備されている。更に目的物を回収するための部位も装備されている。マイクロファクトリーを構成するために、マイクロボンブやマイクロモーターといった小型の機器、更に試薬槽と反応槽等を結ぶ極めて細い流路を形成するといった技術を生み出すための検討課題がある。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】との中で流路は基板に 溝を切ったり、あるいは小さな土手となる部品を基板に 取りつけるといった方法で形成されている。そのため高 度な加工技術が必要となり、マイクロファクトリー製作 のネックのひとつとなっていた。

0 【0005】そのためこれに代わる新しい流路作製技術が求められてきた。

[0006]

【課題を解決するための手段】我々は上記課題を解決するため種々の方法を検討した結果、溝を切ったり、土手を設けなくとも、平面の基板上の流路とする部分を親水化し、且つ流路の周辺を撥水化することで試薬や溶媒等が親水化した部分のみを流れてくれることを見出し、本発明に至った。また、試薬槽や反応槽等も親水化し、その周囲を撥水化することで試薬,反応液の保持が可能と50 なることも見出した。

は使用しない。

【0007】なお手段の具体的な内容は以下に記述され るものである。

(1) 実質平面上に少なくとも複数の試薬槽、反応槽、 目的物を回収するための部位、及び該試薬槽と該反応 槽、あるいは該反応槽と目的物を回収するための部位を 結ぶ流路を有するマイクロファクトリーにおいて、該試 薬槽、該反応槽、該流路等の試薬及び反応物の存在する 部分に前記試薬及び前記反応物が付着し、それ以外の部 分には前記試薬及び前記反応物が付着しないことを特徴 とするマイクロファクトリー。

(2) 実質平面上に少なくとも複数の試薬槽、反応槽、 目的物を回収するための部位、及び該試薬槽と該反応 槽、あるいは該反応槽と目的物を回収するための部位を 結ぶ流路を有するマイクロファクトリーにおいて、該試 薬槽、該反応槽、該流路等の試薬及び反応物の存在する 部分の水との接触角が30°以下であり、且つそれ以外 の部分の水との接触角が80°以上であることを特徴と するマイクロファクトリー。

(3)(1),(2)において、水との接触角が80° 以上の部分に以下の化合物が結合していることを特徴と 20 するマイクロファクトリー。

[8000]

(化3)

 $[F\{CF(CF_1)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)\}-X-Si(OR)_3$

 $\{F(CF_2CF_2CF_2O)_n\}-X-Si(OR)_3$

 $\{H(CF_2)_n\}-Y-Si(OR)_2$

 ${F(CF_2)_n}-Y-Si(OR)_3$

Xはパーフルオロボリエーテル鎖とアルコキシシラン残 基との結合部位、Yはパーフルオロアルキル鎖とアルコ キシシラン残基との結合部位、Rはアルキル基

【0009】(4)請求項(1)~(3)において、水 との接触角が80°以上の部分に以下の化合物が結合し ていることを特徴とするマイクロファクトリー。

[0010]

(1t4)

 $[F\{CF(CF_3)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)]-X-Si(OR)_3$

 $\{F(CF_2CF_2CF_2O)_n\}-X-Si(OR)_3$

Xはパーフルオロポリエーテル鎖とアルコキシシラン残 基との結合部位、Rはアルキル基

【0011】(5)(1),(2)において、パルブが 前記試薬及び前記反応物を弾く処理を施された常磁性体 からなることを特徴とするマイクロファクトリー。

[0012]

【発明の実施の形態】[1]本発明のマイクロファクト リーの様成

図1に本願発明のマイクロファクトリーの構成例を示 す。

【0013】試棄槽には試棄が入れられる。流路だけで なく試薬槽も親水性に、またその周囲を撥水性にしてお くととで試薬の保持が可能になる。試薬はバルブを開け ると反応槽に流れ込む。通常反応槽には温度調節機能を 設ける。但し反応が常温で起こるならば、温度調節機能

[2] 本発明のマイクロファクトリーの作製方法 本願発明のマイクロファクトリーの作製方法を図2によ り説明する。

【0014】作製の方法は大きく2つに大別される。

【0015】1つ目は初めに親水処理を施した後、撥水 処理を行ってマイクロファクトリーを作成する方法であ り、工程を図2に示す。具体的には、まず基材に親水処 理を行った後流路や反応槽等に相当する部分にマスク剤 によるマスクを形成しパターンニングを行う。そのあと 基材の撥水処理を行い、マスク剤を除去し、バルブを設 置し、目的のマイクロファクトリーを作製することを特 徴とする。

【0016】2つ目はあらかじめ全面を撥水性にした 後、親水性のパターンニング形成のためレーザーや電子 線等を照射して親水処理を施す方法である。これはレー ザーや電子線等により撥水膜を除去する操作を用いたも のである。との方法においても撥水材料やその処理方法 等は共通なので、詳細は割愛する。なお1つ目、2つ目 いずれの作製方法においても、基材のもともとの親水性 が低い場合(水との接触角で30°以上)は表面張力の 大きな水等が付着しずらくなる。そのためマスク剤によ るパターンニングに先立ち、基材表面を親水処理すると とも必要である。なお本願明細書では基材等における親 30 水性を示す客観的な値として基材等と水との接触角を用 いている。

【0017】なお用いる試薬の溶液や溶媒の表面張力が 小さいほど、親水部分の水との接触角を大きくできる。 例えば水の代わりに表面張力の小さなアルコール、ハイ ドロカーボン等の溶媒を用いた場合は、親水部分の水と の接触角が高くとも (30°以上の場合も) 用いた溶媒 が付着可能になることもある。

【0018】1つ目の方法で本発明のマイクロファクト リーを作製する場合を図2により説明する。

【0019】まず始めに基材を親水化する。次に流路や 反応槽等のように親水性が必要な部分をマスク剤でパタ ーンニングした後、撥水材料による撥水処理を行い、最 後にマスクを除去することで本発明のマイクロファクト リーを完成させる。とれら工程を以下に具体的に説明す る。

(1)基材の親水化

基材は金属、プラスチック、ガラス等が挙げられる。と れらんついて説明する。

【0020】①基材が金属の場合に適用する方法

50 基材が金属の場合、水との接触角が70°以上のものが

多い。アルミの場合、水との接触角は90~95°程度 である。またステンレスは種類にもよるが水との接触角 はおおむね70~95°程度である。これらを親水化す る場合は塩酸、硝酸、硫酸等に浸漬することで接触角を 低下させることができる。アルミの場合は30重量%の 硝酸と5重量%の塩酸の混合液に5~10分間程度浸漬 すると接触角が10~20°程度に下がる。またステン レスの場合も、SUS304,316等は、30重量% の硝酸に5~10分間程度浸漬すると接触角が10~2 0°程度に下がる。その他Fe-42Niでは15重量 10 %の硝酸に1~2分間程度浸漬すると接触角が10°以 下に下がる。その他の方法としては酸素プラズマで処理 する方法が挙げられる。酸素分圧 1 Torr、高周波電源の 出力300♥、処理時間3分間でアルミ、ステンレスは 水との接触角が20°以下になった。

[0021] ②基材がガラス・石英の場合に適用する方

基材がガラスや石英の場合は酸素プラズマで処理した り、塩基性の溶液に浸漬する等の方法により親水性を向 上させることが可能である。酸素プラズマの場合、酸素 20 分圧 1 Torr、高周波電源の出力300W、処理時間3分 間で水との接触角が10°以下になった。また塩基性の 溶液として1重量%の水酸化ナトリウムの水溶液を用い た場合、5分間浸漬後、水との接触角は20°以下にな

【0022】③基材が樹脂の場合に適用する方法 基材が樹脂の場合は酸素プラズマで処理したり、酸・塩 基性の溶液に浸漬する等の方法により親水性を向上させ るととが可能である。

【0023】酸素プラズマを用いる場合、例えばポリス チレン、アクリル樹脂、スチレン/アクリル樹脂、ポリ エステル樹脂、アセタール樹脂、ポリカーボネート、ポ リエーテルスルホン, ポリサルホン, ポリエーテルサル ホン等では、酸素分圧 1 Torr. 高周波電源の出力 100 ₩, 処理時間1分間の条件で水との接触角が20°以下 になった。

【0024】塩基性の溶液への浸漬はアクリル樹脂、ス チレン/アクリル樹脂,ポリエステル樹脂,アセタール 樹脂、ポリカーボネート等のように分子内にエステル結 合を有する材料の場合に特に有効である。これは表面、 及びその近傍にあるエステル結合を切断することで親水 性の高いカルボン酸塩残基、及び・或いは水酸基が生成 することで総じて表面の親水性が高まるためである。ま たポリイミドやポリアミド等のアミノ基とカルボキシル 基の縮合により重合する樹脂の場合は、塩酸等の酸に浸 漬することで重合時に反応せず残ったアミノ基を親水性 の高いアンモニウム塩構造にしたり、水酸化ナトリウム 水溶液に浸漬することで重合時に反応せず残ったカルボ キシル基を親水性の高いカルボン酸塩にすることで総じ て表面の親水性を髙めることができる。酸・塩基性の溶 50 ることがあるので混合した場合の液性と親水性シリカの

液への浸漬は溶液の温度が高いほど、また濃度が高い親 水化が敏速に進行する傾向がある。しかし高温・高濃度 化は基材へのダメージを与えやすいので注意が必要であ る。

【0025】 ④種々の基材に適用する方法

基材が金属、ガラス、あるいは樹脂であっても処理可能 な親水化方法としては親水性を発揮させる塗料を塗布す る方法が挙げられる。これら材料は一般にa)~d)に 示すものが挙げられるがこれ以外も特に限定は受けな い。また塗料以外の汎用的な方法をe)に示す。

[0026]a)水溶性高分子材料の溶液

水溶性の高分子としてはポリエチレングリコール、ポリ ピニルアルコール、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸 塩、ポリアリルアミン、ポリアリルアミンの塩酸塩、デ ンプン等が挙げられる。分子内に水酸基、アミノ基、カ ルボキシル基、塩構造の残基等親水性の残基を有してい るものが挙げられる。これらの水溶液、あるいは有機溶 媒の溶液を調製し塗料とする。これをセルの基材に塗布 し、乾燥させることで親水塗膜を形成する。これら水溶 性高分子の中では特にポリエチレングリコールを塗布し た表面の接触角を低下させる傾向が強い。用いる高分子 は分子量が大きいほど光散乱の少ない平滑な親水膜が形 成できるので好ましい。また処理する表面の撥水性が高 い場合は塗料が弾かれてしまうため、結果として平坦な 膜を形成できない。とれは溶媒が水の場合は用いる高分 子の溶液の表面張力が大きくなるためである。そとでと れら塗料を塗布する前に予め酸素プラズマ処理をしてお くと、平坦な塗膜が形成しやすい。ところでポリエチレ ングリコールはテトラヒドロフラン等の有機溶媒に溶解 する。そのためとの溶液の表面張力は同じポリエチレン グリコールの水溶液に比べて小さく、撥水性の高いアル ミ等の表面にも塗布しやすい。

【0027】b) 親水性粒子を含んだ塗料

親水性アルミナ粒子や親水性シリカ粒子を含んだ分散液 とアルコキシシランの溶液を混ぜたものを塗料として用 いる。この塗料を用いる場合、セルの基材に塗布後に加 熱することで製膜が完了する。この塗料で主に親水性を 発揮するのは親水性アルミナ粒子や親水性シリカ粒子で あり、アルコキシシランは主にこれら粒子の保持体とし て機能する。そのため親水性を高めるには親水性アルミ ナ粒子や親水性シリカ粒子の割合を大きくすることで対 処することができる。またアルコキシシランの割合を大 きくするととで膜の物理的強度は向上する。アルコキシ シランはある程度分子間で架橋していた方が、塗布後の 加熱で揮発する割合が減るので好ましい。またアルコキ シシランには分子間の重合を促進させるために塩酸等を 加えることがあるが、親水性シリカの場合は分散を良好 にするため、その分散液は塩基性になっている場合があ る。そのため両者を混ぜた場合、親水性シリカが凝集す

分散の状況には注意する。との点アルミナの場合は分散 液は主に酸性であるため混合の際のトラブルが少ない。 アルコキシシランとしてはメチルトリメトキシシラン。 エチルトリメトキシシラン、ブチルトリメトキシシラ ン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリエトキシシ **ラン、ブチルトリエトキシシラン、テトラメトキシシラ** ン、テトラエトキシシラン等が挙げられる。なお液性や 溶媒が合えばアルコキシシランの代わりにアルコキシチ タンを用いても良い。アルコキシチタンとしてはテトラ - i -プロピルチタネート、テトラーn - ブチルチタネ ート、テトラステアリルチタネート、トリエタノールア ミンチタネート、チタニウムアセチルアセトネート、チ タニウムエチルアセトアセテート、チタニウムラクテー ト、テトラオクチレングリコールチタネート等が挙げら れる。またこれらの化合物が数分子重合したものも用い ることが可能である。

【0028】c)水溶性高分子とその架橋剤を含んだ塗 料

a) に挙げたような水溶性高分子に架橋剤として b) に挙げたアルコキシシランやアルコキシチタンを混ぜることによって親水表面を形成する塗料とすることも可能である。この場合、溶媒は水であっても良いが、セル基材の撥水性が高い場合は塗料を弾いてしまうため、メタノールやエタノール等のアルコール系溶媒が好適である。 【0029】d)アルコキシシラン溶液とアルカリ溶液の併用

b) に挙げたアルコキシシランの溶液を基材に塗布後、 120~180℃程度で数分間加熱すると基材表面に酸 化ケイ素の被膜が形成する。その後アルカリ性の溶液に 浸漬すると表面の親水性が高まる。最後にアルカリ性の 溶液を水洗することで親水処理が終了する。アルカリ性 の溶液は水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水酸化 物の水溶液、あるいはアルコール溶液、含水アルコール 溶液を用いる。濃度は高いほど浸漬時間は短くできる が、用いる水酸化物の種類によっても異なる。水酸化ナ トリウムを用いた場合、溶液濃度1重量%では浸漬時間 は1~5分間、5重量%では10~30秒間程度が好適 である。またアルコキシシランの溶液に用いる溶媒とし てケトン系のもの(アセトンやメチルエチルケトン等)は アルコキシシランが二酸化ケイ素に変化しやすいので、 アルコール系、エステル系、あるいはエーテル系の溶媒 が好適である。特にアルコール系は基材が樹脂の場合、 樹脂を溶解し難いので特に好適である。

【0030】e)補足:塗料以外の方法 金属、ガラス・石英、樹脂等基板材料として考えられる ものに紫外線照射、オゾン雰囲気下に放置する等によっ て、その表面を親水化することも可能である。

【0031】なお紫外線照射量、オゾン処理時間・濃度は基板材料によって異なる。

(2)マスク形成

8

流路や反応槽等の親水性のパターンを形成する部分をマ スクする。この方法としては位置の正確性を確保しやす い点で印刷法が好適である。印刷の方法は基材を用紙の 代わりに印刷機やインクジェットプリンタ等に入れてマ スク材を印刷する方法や、予め親水性のパターン部分に 穴の空いているマスクを作成し、基材の上に置き、その 上をインク等のマスク材の付着したローラーでとする、 いわゆる孔版印刷等が挙げられる。マスク材料は後述す る撥水処理の後に除去する必要があるので、水や有機溶 媒で容易に溶解し除去できるものが好適である。水溶性 のものとしては水性インクや水溶性高分子の水溶液が好 適である。また有機溶媒に溶解するものとしてはオフセ ット印刷用のインクやレーザープリンタのトナーの一部 等が挙げられる。マスク方法としては水溶性のインクを 用いているオフィス・家庭用のインクジェットプリンタ が水に易溶のインクを用いており、しかも吐出の位置精 度が高いので好適である。その他の方法としてはテープ ・シールによるマスク等も有効である。その際テープ・ シールの粘着部材は水溶性高分子、具体的にはポリビニ ルアルコールやポリアクリル酸等が好ましい。水溶性髙 分子は後述する撥水材料を弾きやすい。

(3) 撥水材料、および処理方法

撥水材料は分子内にフッ素やシリコンといった元素を含む一般的な撥水材料を用いる。これら材料を溶解することのできる溶媒に溶解し、この溶液を基材に塗布する。その後乾燥し溶媒を揮発させ、撥水材料からなる薄膜を形成する。撥水材料によっては塗布後加熱することにより基材表面と化学結合させる材料もある。このような材料の方が繰り返し使用によって撥水材料が次第に親水性の画像バターンに移動し、そのバターンを消失させるおそれが少ないので好適である。このような材料としては次に示すようなものが挙げられる。これら化合物は塗布後加熱することで基材表面の水酸基等と反応し、表面に化学結合を形成するので基材表面を移動する心配が無く、親水性の画像バターンを消失させるおそれが低い。【0032】

【化5】

40

 $[F\{CF(CF_3)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)]-X-Si(OR)_3$

 $\{F(CF_2CF_2CF_2O)_n\}-X-Si(OR)_3$

{H(CF₂)_n}-Y-Si(OR)₃

 $\{F(CF_2)_n\}-Y-Si(OR)_3$

Xはパーフルオロポリエーテル鎖とアルコキシシラン残基との結合部位、Yはパーフルオロアルキル鎖とアルコキシシラン残基との結合部位、Rはアルキル基

【0033】具体的には以下の化合物1~12等が挙げ ちれる。

[0034]

50 【化6】

F{CF(CF₃)-CF₂O}_n-CF(CF₃)-CONH-(CH₂)₃-Si(OCH₂CH₃)₃ 化合物1

10

```
[0035]
【化7】
F\{CF(CF_3)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)-CONH-(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3
                 化合物2
[0036]
[(£8]
F(CF2CF2CF2O)n-CF2CF2-CONH-(CH2)3-Si(OCH2CH3)3
                 化合物3
[0037]
[{£9]
  F(CF2CF2CF2O)n-CF2CF2-CONH-(CH2)3-Si(OCH3)3
                   化合物4
[0038]
【化10】
        H(CF_2)_6-CONH-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
                化合物5
[0039]
(化111
          H(CF2)8-COMH-(CH2)3-Si(OCH3)3
                     化合物6
[0040]
【化12】
        H(CF<sub>2</sub>)<sub>8</sub>-CONH-(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-Si(OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>
                    化合物7
[0041]
【化13】
          H(CF_2)_8-CONH-(CH_2)_3-Si(OCH_3)_3
                      化合物8
[0042]
(化14]
             F(CF2)6-CH2CH2-Si(OCH3)3
                     化含物9
[0043]
【化15】
             F(CFz)a-CHzCHz-Si(OCHa)a
                     化合物10
[0044]
【化16】
```

F(CFz)e-CH2CH2-Si(OCH2CH2)3 化合物11

10

[0045] [化17]

F(CF₂)₈-CH₂CH₂-Si(OCH₂CH₃)₃

化合物12

【0046】 このうち化合物 1~8 は以下に示す合成方法を実行することで得られる。化合物 9~12 は化合物名がそれぞれ 1 H, 1 H, 2 H, 2 H - パーフルオロオクチルトリメトキシシラン、1 H, 1 H, 2 H, 2 H - パーフルオロオクチルトリエトキシシラン、1 H, 1 H, 2 H, 2 H - パーフルオロデシルトリメトキシシラン、1 H, 1 H, 2 H, 2 H - パーフルオロデシルトリエトキシシランとしてヒドラス化学社より上市されている。またその他の市販材料としてはダイキン工業社製オプツール D S X が挙げられる。

【0047】また化合物1~4はファ素鎖がバーフルオロボリエーテルと呼ばれるものであり、このファ素鎖を有する化合物から形成される撥水膜は水以外にアルコールやヘキサン等に長期(1000時間)にわたって浸漬しても撥水性がほとんど低下しない(低下量は5°以下)という特徴がある。これら化合物を一般式で表すと以下のようになる。

[0048]

30 【化18】

 $\{F\{CF(CF_3)-CF_2O\}_n-CF(CF_3)\}-X-Si(OR)_3$

{F(CF2CF2CF2O)_n}-X-Si(OR)₃

Xはパーフルオロボリエーテル鎖とアルコキシシラン残 基との結合部位、Rはアルキル基

【0049】化合物5~12はアルコールやヘキサン等 に長期(1000時間)にわたって浸漬すると、水との接触角が浸漬前(約110°)から基材の接触角とほぼ 同レベルまで低下する。

40 (化合物1の合成) デュポン社製クライトックス157 FS-L (平均分子量2500) (25重量部)を3M 社製PF-5080 (100重量部) に溶解し、これに 塩化チオニル (20重量部)を加え、撹拌しながら48 時間 退流する。塩化チオニルとPF-5080をエパポレーターで揮発させクライトックス157FS-Lの酸クロライド (25重量部)を得る。これにPF-5080 (100重量部),チッソ(株)製サイラエースS330 (3重量部),トリエチルアミン(3重量部)を加え、室温で20時間撹拌する。反応液を昭和化学工業製50ラジオライトファインフローAでろ過し、ろ液中のP

F-5080をエバポレーターで揮発させ、化合物1 (20重量部)を得た。

(化合物2の合成)チッソ(株)製サイラエースS33 0 (3重量部)の代わりにチッソ(株)製サイラエース S360 (3重量部)を用いる以外は化合物1の合成と 同様にして化合物2(20重量部)を得た。

(化合物3の合成) デュポン社製クライトックス157 FS-L(平均分子量2500)(25重量部)の代わ りにダイキン工業社製デムナムSH(平均分子量350 0) (35 重量部) を用いる以外は化合物 1 の合成と同 10 様にして化合物3(30重量部)を得た。

(化合物4の合成)チッソ(株)製サイラエースS330 (3重量部)の代わりにチッソ(株)製サイラエースS3 60(3重量部)を用い、デュポン社製クライトックス 157FS-L(平均分子量2500)(25重量部) の代わりにダイキン工業社製デムナムSH(平均分子量 3500) (35重量部)を用いる以外は化合物1の合 成と同様にして化合物4(30重量部)を得た。

(化合物5の合成) デュポン社製クライトックス157 FS-L(平均分子量2500)(25重量部)の代わ 20 りにダイキン工業社製7H-ドデカフルオロヘプタン酸 (分子量346.06) (3.5重量部) を用いる以外は 化合物1の合成と同様にして化合物5(3.5重量部) を得た。

(化合物6の合成) デュポン社製クライトックス157 FS-L(平均分子量2500)(25重量部)の代わ りにダイキン工業社製7H-ドデカフルオロヘブタン酸 (分子量346.06) (3.5重量部) を用い、チッソ (株) 製サイラエースS310(2重量部)の代わりに チッソ(株)製サイラエースS320(2重量部)を用 30 いる以外は化合物1の合成と同様にして化合物6(3. 5重量部)を得た。

(化合物7の合成) デュポン社製クライトックス157 FS-L(平均分子量2500)(25重量部)の代わ りにダイキン工業社製9H-ヘキサデカフルオロノナン 酸(分子量446.07) (4.5重量部) を用いる以外 は化合物1の合成と同様にして化合物7(4.5重量 部)を得た。

(化合物8の合成) デュボン社製クライトックス157 FS-L(平均分子量2500)(25重量部)の代わ 40 る。 りにダイキン工業社製9H-ヘキサデカフルオロノナン 酸(分子量446.07) (4.5重量部)を用い、チッ ソ(株) 製サイラエースS310(2重量部)の代わり にチッソ(株)製サイラエースS320(2重量部)を 用いる以外は化合物1の合成と同様にして化合物8 (4.5重量部)を得た。

【0050】とれらの化合物をフッ素系の溶媒に溶解 し、セル基材に塗布する。その後、加熱することでセル 表面の水酸基やカルボキシル基等と反応し化学結合を形 成する。こうして撥水処理が終了する。撥水材料の濃度 50 マイクロファクトリー作製方法を示す。

は平均分子量の大きい材料ほど高濃度に設定する。平均 分子量が3000前後では濃度は0.3 重量%程度が好 ましい。フッ素系の溶媒として具体的には3M社製のF C-72, FC-77, PF-5060, PF-508 O. HFE-7100. HFE-7200. デュポン社 製パートレルXF等が挙げられる。加熱温度は100℃ 以上が望ましい。できれば120℃以上のほうが敏速に 製膜の反応が進行する。加熱時間は100°Cの場合は1 時間程度、120℃の場合は15分間、140℃の場合 は10分間程度が望ましい。但し250℃以上の場合は 撥水材料が熱分解するおそれがある。セルの基材に水酸 基等が存在しない場合は、酸素プラズマ処理を行うこと で表面に水酸基を持たせることが可能である。この処理 を行った後に撥水処理を行うことで上記撥水材料とセル 基材と化学結合を持つことが可能になる。

【0051】なお撥水材料の塗布はハケ塗り、ディップ コート法、スピンコート法等で製膜する。

(4)マスクの除去

撥水処理後マスクを除去する。マスクが溶解する溶媒で 基材を洗浄する、あるいは加熱することでマスクを溶解 し、その状態で吸引する等の方法で行う。

【0052】とうして目的のマイクロファクトリーが完 成する。

(5) バルブの作製と設置

常磁性体の金属薄板をバルブの大きさに加工後、撥水材 料で撥水処理し、これをバルブ板としてバルブ部分に置 ₹.

【0053】こうして本発明のマイクロファクトリーが 完成する。バルブを開く際は磁石をバルブ近傍に近づけ るとバルブ板が磁石にひきつけられることでバルブ部分 からはずれ、親水性の流路が現れ、試薬等が流れるよう になる。

[3] 本発明のマイクロファクトリーの応用

本発明のマイクロファクトリーは試薬槽や反応槽以外に 精製のためのカラムやカラム精製によって生じる不純物 を通すバイパス等を設けることも可能である。またカラ ムを通す際、目的物と不純物を見分けるためのセンサ (たとえば紫外線ランプによる発色の程度を光ファイバ により確認するような機構等)を設けることも可能であ

【0054】本発明のマイクロファクトリーは少量の合 成を目的にしているが、図3に示すように積層すること で大量合成も可能になる。また図4に示すように異なる マイクロファクトリーを積層することで多段階合成も可 能になる。

【0055】(実施例)以下、実施例により本発明を更 に具体的に説明するが、本発明の範囲はこれらの実施例 に限定されるものではない。

【0056】(実施例1)始めに図2に従って本発明の

【0057】(1) ブラズマ処理

縦5.5cm, 横9cm, 厚さ0.3mmの透明なポリカーボネート板(藤本化学社製)に酸素ブラズマを照射した。 照射に用いた装置はダイオニクス社製プラズマアッシャー型番IPC-8005Tであり、チャンバー内の酸素導入前の圧力は0.1Torr以下、酸素導入後の圧力は0.5Torr、装置の高周波電源の出力は100Wに設定し、ポリカーボネート板へのブラズマ照射は60秒間行った。するとポリカーボネート板表面の水との接触角が10°以下になった。

【0058】ポリカーボネート板は酸素ブラズマを照射されることにより表面に水酸基が生成し、親水性が向上し水との接触角が10°以下になるものと考えられる。 【0059】(2)親水処理

末端がグリシジル基のシランカップリング剤(チッソ社製S-510)(1重量部)、親水性アルミナの20重量%分散液(日産化学製No.520)(20重量部)、及びエタノール(250重量部)を混ぜた液を調製する。この液を酸素プラズマ照射されたポリカーボネート板にスピンコート法で塗布する。その際の回転数は2000 rpm、回転時間は30秒間である。塗布後、100℃で3時間加熱する。こうしてポリカーボネート板の表面に親水性アルミナを保持した膜が形成される。この膜の水との接触角は10°以下であった。

【0060】(3) パターンニング

親水処理したボリカーボネート板をA4版のPPC用紙に貼り付ける。その後、この用紙をインクジェットブリンタ(エブソン製EM-900C)にセットし図2に示す画像を印刷する。この際印刷は親水処理したボリカーボネート板上に行われるように位置を合わせてから印刷 30を開始する。印刷後、速やかに100℃の高温槽に入れ、1分間加熱する。すると印刷されたインクが乾燥する。こうして親水処理したボリカーボネート板上にインクからなるマスクが形成する。

【0061】(4) 撥水処理

パターンニングしたポリカーボネート板を化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液に1時間浸漬する。なおPF-5080は3M社製のファ素系溶媒である。またこの溶液の比重は約1.7 と大きいためポリカーボネート板(比重約0.9)を沈める際はあらかじめ両面40テーブで浸漬槽の底面にポリカーボネート板の角の部分を接着した後、化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液を浸漬槽に注ぐことが望ましい。

【0062】浸漬後、ポリカーボネート板を100℃の恒温槽に1時間放置する。こうすることで化合物1が酸素プラズマ照射によってポリカーボネート板表面に生成した水酸基と化学結合を形成する。

[0063] 1時間加熱した後のポリカーボネート板を作製した。これも同様に、試棄槽に水酸化ナトリウム水恒温槽から取り出し、PF-5080でリンスする。これに溶液がほとんど付着しなかった。SUS304の代わりよりポリカーボネート板と化学結合していない化合物1 50 にガラスを用いた場合は、SUS304、ポリカーボネ

が除去される。

【0064】なお撥水処理面の水との接触角は110°であった。

【0065】(5)マスク除去

F-5080でリンスした後のポリカーボネート板を流水に接触させるとマスクであるインクが大体除去される。さらに水を入れた超音波洗浄器に10秒間入れると、ほとんどインクが除去される。窒素ガンで水を除去し、目的のマイクロファクトリーの基板作製が完了する。

【0066】(6) パルブ板作製

厚さ80 μ mのFe-42Niの平板を流路のバルブの大きさに加工した後、化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液に1分間浸漬する。浸漬後、このFe-42Niの板を120℃の恒温槽に10分間放置する。こうすることで化合物1がFe-42Ni板の表面の水酸基と化学結合を形成する。以上の処理終了後、Fe-42Ni板の表面の水との接触角は120°であった。このFe-42Ni板はマイクロファクトリーのバルブの役割を果たす。

【0067】(7)バルブ板設置

(6)で作製したバルブ板を基板のバルブ部分に置く。 こうして本発明のマイクロファクトリーが完成する。 【0068】このマイクロファクトリーを約5°に傾ける。次にこのマイクロファクトリーの試薬槽Aに0.0 1 重量%の水酸化ナトリウム溶液を入れる。溶媒はメタノールである。また試薬槽Bにフェノールフタレインの0.01 重量%のメタノール溶液を入れる。試薬槽のバルブ近傍に磁石を近づけるとバルブが磁石に引き寄せられ、基材から外れる。すると試薬槽A、及びBから試薬が流路を通って反応槽に流れ込む。すると反応槽で水酸化ナトリウムとフェノールフタレインが混合し反応することで、混合液が赤色に変化した。なお混合前、水酸化ナトリウム溶液とフェノールフタレイン溶液はともに無色であった。

【0069】以上より、本発明のマイクロファクトリーにより化学反応を行わせることが可能であることが示された。

【0070】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試棄槽に水酸化ナトリウム溶液を保持するととは可能であった。

【0071】(比較例1) 親水処理を行わない以外は実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。 これの試薬槽Aに水酸化ナトリウム水溶液を入れようとしたが、試薬槽部分にこの液はほとんど付着しなかった。そこで基材をSUS304にして親水処理を行わない以外は実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。これも同様に、試薬槽に水酸化ナトリウム水溶液がほとんど付着しなかった。SUS304の代わりにガラスを用いた場合は、SUS304 ポリカーボネ

14

ートに比べると水酸化ナトリウム水溶液の付着量が多い傾向があり、反応槽の面積の8割程度に付着した。それぞれの板の水との接触角は以下の通りである。ポリカーボネート:88°、ガラス:40°、SUS304:80°。

【0072】実施例1の親水処理で用いる液を以下の2種類の組成のものにする以外は実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。2種類の液の組成は以下の通り。

①:末端がグリシジル基のシランカップリング剤(チッ 10 ソ社製S-510)(1重量部),親水性アルミナの2 0重量%分散液(日産化学製No.520)(2重量部)、及びエタノール(50重量部)を混ぜた液。②:末端がグリシジル基のシランカップリング剤(チッソ社製S-510)(1重量部),親水性アルミナの2 0重量%分散液(日産化学製No.520)(5重量部)、及びエタノール(50重量部)を混ぜた液。【0073】また用いた基材の種類はボリカーボネー

ト・ガラス、及びSUS304である。その結果のの液を用いて親水処理後のこれら基材の水との接触角はいずのも32~34°であった。これら親水処理を行った基材により作製されたマイクロファクトリーは試薬槽の約の液を用いて親水処理後のこれら基材の水との接触角はいずれも28~30°であった。これら親水処理を行った基材により作製されたマイクロファクトリーは試薬槽の部分に水酸化ナトリウム水溶液が完全に付着した。このことから親水部分の水との接触角は30°以下である必要のあることが示された。

【0074】(比較例2)基材としてポリカーボネート以外に(88°)ポリエステル(78°),アクリル(82°),ポリプロピレン(98°),SUS304(78°),SUS420(75°),ガラス(40°)を用い、かつ親水処理で用いた親水液をインクジェットプリンタのインクの代わりに平板に吐出させ、親水パターンを形成するととでマイクロファクトリーを作製した。なお基材名の後の括弧内に記されている値はその基材の水との接触角である。

【0075】 これらマイクロファクトリーの試薬槽に水酸化ナトリウム水溶液を付着させようとしたところ、ボリブロビレン、ボリカーボネート、アクリルは親水バターン部分にのみ水酸化ナトリウム水溶液が付着し、それ以外の部分に水は付着しなかった。しかしボリエステル、SUS304、SUS420、ガラスの場合はバターン以外の部分にも水酸化ナトリウム水溶液が付着した。基材の水との接触角で比べると、接触角が80°以上の場合、水酸化ナトリウム水溶液を付着しないことがわかった。以上より試薬が水溶液の場合は親水部分以外の水との接触角は80°以上である必要のあることが示された。

16

【0076】(実施例2)化合物1の0.1重量%のP F-5080溶液の代わりに化合物2の0.1重量%の PF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様に してマイクロファクトリーを作製した。

【0077】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0078】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0079】(実施例3) 化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物3の0.1 重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0080】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0081】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0082】(実施例4)化合物1の0.1重量%のP F-5080溶液の代わりに化合物4の0.1 重量%の PF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様に してマイクロファクトリーを作製した。

【0083】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0084】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは 30 可能であった。

【0085】(実施例5)化合物1の0.1重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物5の0.1重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0086】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0087】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試棄槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0088】(実施例6)化合物1の0.1重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物6の0.1重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0089】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0090】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試業槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは 50 可能であった。

[0091] (実施例7) 化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物7の0.1 重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0092】 このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

[0093]なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

[0094] (実施例8) 化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物8の0.1 重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0095】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0096】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試業槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

[0097] (実施例9) 化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物9の0.1 重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0098】 このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0099】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0100】(実施例10)化合物1の0.1重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物10の0.1重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0101】 このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0102】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試業槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0103】(実施例11)化合物1の0.1重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物11の0.1重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0104】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0105】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試業槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

18

【0106】(実施例12)化合物1の0.1重量%のPF-5080溶液の代わりに化合物12の0.1重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0107】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

[0108]なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試棄槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

[0109] (実施例13) 化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液の代わりにフッ素系の化合物DOL2000(アウジモント社製)の0.1重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0110】このマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

(0111)なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変 20 えても試業槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは 可能であった。

【0112】(実施例14)化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液の代わりにデムナムS65(ダイキン工業社製)の0.1 重量%のPF-5080溶液を用いる以外は、実施例1と同様にしてマイクロファクトリーを作製した。

【0113】とのマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

30 【0114】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試業槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0115】(実施例15)表面にキムワイブを貼付し、圧力10g/cm³,速度10mm/秒で動く摺動体によって、実施例 $1\sim14$ で作製したマイクロファクトリーの表面(パルブの部分を除く)を10往復擦る。その後平板を水に浸したところ実施例 $1\sim12$ で作製したものは、試業槽A, Bに水酸化ナトリウム水溶液が付着したが実施例13, 14で作製したものは全面が撥水化

) し、試<mark>薬槽</mark>の部分にも水酸化ナトリウム水溶液が付着しなかった。

【0116】実施例1~12で用いた化合物1~12は 基材表面に化学結合を形成する下記構造の化合物であ る。

[0117]

【化19】

50

 $[F{CF(CF_3)-CF_2O}_n-CF(CF_3)]-X-Si(OR)_2$

{F(CF2CF2CF10)a}-X-Si(OR)1

{H(CF₂)_n}-Y-Si(OR)₃

{F(CF2)n}-Y-Si(OR)3

Xはパーフルオロポリエーテル鎖とアルコキシシラン残基との結合卸位、Yはパーフルオロアルキル鎖とアルコキシシラン残基との結合部位、Rはアルキル基

【0118】しかし実施例13,14で用いた化合物は 10 基材表面と化学結合する構造ではない。

【0119】以上より上記構造の化合物を用いて撥水膜を形成することで耐摩擦性の高いマイクロファクトリーの作製が可能になることが示された。

【0120】(実施例16)実施例1~12で作製したマイクロファクトリーをヘキサンに1000時間浸漬する。その後とのマイクロファクトリーの試薬槽に水酸化ナトリウム水溶液を付着させたところ、実施例1~4で作製したものは、試薬槽の部分にのみ水酸化ナトリウム水溶液が付着したが、実施例5~12で作製したものは 20 試薬槽以外の部分にも水酸化ナトリウム水溶液が付着した。これはマイクロファクトリーの撥水部分の撥水性が低下したためである。実際撥水部分の水との接触角はヘキサンに浸漬前は110°だったが、浸漬後は86~90°まで低下した。これはポリカーボネートの接触角である88°とほぼ同等であった。

【0121】実施例1~4で用いた化合物1~4は分子内のフッ素鎖がパーフルオロボリエーテルである。化学構造としては下記の化合物である。

[0122]

[{£20]

[F{CF(CF₃)-CF₂O}_n-CF(CF₃)]-X-Si(OR)₃

{F(CF2CF2CF2O)n}-X-Si(OR)s

Xはパーフルオロボリエーテル鎖とアルコキシシラン残基との結合部位、Rはアルキル塞

【0123】以上より上記構造の化合物を用いて撥水膜を形成することで耐ヘキサン性の高いマイクロファクトリーの作製が可能になることが示された。

【0124】なおヘキサンの代わりにエタノールを用いて同様の実験を行ったが、結果はヘキサンの場合と同じであった。これらのことから上記構造の化合物を用いて撥水膜を形成することで耐溶剤性も高いマイクロファクトリーの作製が可能になることが示された。

【0125】(実施例17)親水処理の際、チッソ社製 S-510(1重量部)の代わりに6重量%シリカゾル 溶液15重量部を使う以外は実施例1と同様にして親水 処理を行いマイクロファクトリーを作製した。

【0126】とのマイクロファクトリーを実施例1と同様に使用したところ、実施例1と同様に化学反応を行わ 50

せることが可能であった。

[0127]なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0128】(実施例18)実施例1でバルブ作製の際、Fe-42Niの平板を化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液に1分間浸漬する前に以下の操作を行う。

【0¹29】6重量%シリカゾル溶液(15重量部)とエタノール(250重量部)を混ぜた液に浸漬後、引き上げて200℃で20分間加熱する。こうしてFe-42Niの平板の上にSiO₂の薄膜が形成する。

【0130】これに化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液に1分間浸漬する。浸漬後、このFe-42Niの板を120℃の恒温槽に10分間放置する。これを実施例1のバルブとして用いたところ実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0131】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

【0132】また水酸化ナトリウム溶液の代わりに塩酸を用いたところ、SiO、の薄膜が形成されていない場合はバルブが腐食したが、本実施例のバルブはSiO、の薄膜によりFe-42Niが保護されるため腐食しなかった。

【0133】(実施例19)実施例1でバルブ作製の際、Fe-42Niの平板を化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液に1分間浸漬する前に以下の操作を行う。

30 【0134】スチレンポリマー(重合度約3000,和 光純薬製)(1重量部)をテトラヒドロフラン(30重 量部)に溶解し、これにフタル酸ジー2ーエチルヘキシ ル(1重量部)を加える。こうして調製した溶液にFe ー42Niの平板を浸漬後、引き上げて50℃で2分間 加熱する。こうしてFe-42Niの平板の上にスチレ ンポリマーとフタル酸ジー2ーエチルヘキシルからなる 薄膜が形成する。

【0135】次にこの平板にDeep UVランプで紫外光を照射すると表面の水との接触角が低下する。紫外光照射を水との接触角が10°以下になるまで続ける。なお紫外光照射前は90~95°前後であった。

【0136】これに化合物1の0.1 重量%のPF-5080溶液に1分間浸漬する。浸漬後、このFe-42Niの板を80℃の恒温槽に2時間放置する。これを実施例1のバルブとして用いたところ実施例1と同様に化学反応を行わせることが可能であった。

【0137】なお水酸化ナトリウム溶液の溶媒を水に変えても試薬槽に水酸化ナトリウム溶液を保持することは可能であった。

60 【0138】また水酸化ナトリウム溶液の代わりに塩酸

20

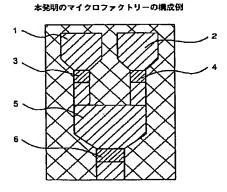
を用いたところ、スチレンポリマーとフタル酸ジー2ーエチルへキシルからなる薄膜が形成されていない場合はバルブが腐食したが、本実施例のバルブはスチレンポリマーとフタル酸ジー2ーエチルヘキシルからなる薄膜によりFe-42Niが保護されるため腐食しなかった。【0139】即ち実施例18及び実施例19により、常磁性体のバルブに有機或いは無機の薄膜を形成(被覆)することで、バルブを保護し腐食から守ることができる。

[0140]

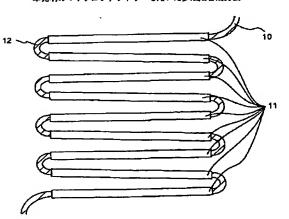
【発明の効果】本発明により、流路作製のため基板に溝を切ったり、あるいは小さな土手となる部品を基板に取りつけるといった高度な加工技術を要しなくても基材表面の撥水性と親水性のパターンニングによって作製できるマイクロファクトリーを提供することが可能になっ *

[図1]

図 1



【図4】



*た。

【図面の簡単な説明】

【図1】本願発明のマイクロファクトリーの構成例を示す図である。

[図2]本願発明のマイクロファクトリーの作製方法を 示す図である。

[図3]本願発明のマイクロファクトリーを用いた大量 合成方法を示す図である。

[図4]本願発明のマイクロファクトリーを用いた多段 10 階合成方法を示す図である。

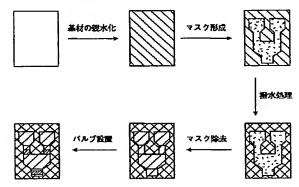
【符号の説明】

1…試棄槽A、2…試薬槽B、3,4,6…バルブ、5 …反応槽、7…本発明のマイクロファクトリー、8,1 0…試薬液導入管、9,12…反応液回収管、11…反 応の各段階で用いるマイクロファクトリー。

[図2]

X 2

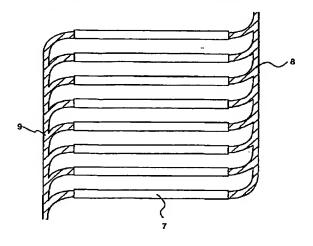




【図3】

図 3

本発明のマイクロファクトリーを用いた大量合成方法



フロントページの続き

(72)発明者 小松崎 茂樹 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株 式会社日立製作所日立研究所内 F ターム(参考) 4G075 AA13 AA39 BA10 DA02 DA18 EE21 FA01 FB12 FB20 4H006 AA04 BD81